

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-285984

(43)Date of publication of application : 17.12.1991

(51)Int.Cl.

C09K 3/10
B29D 31/00
B32B 25/14
C08L 27/12
// C08L 23/16
C25B 13/08

(21)Application number : 02-086923

(71)Applicant : TOYO TIRE & RUBBER CO LTD

(22)Date of filing : 30.03.1990

(72)Inventor : YUZAWA SHINJI

(54) GASKET FOR ELECTROLYSIS TANK AND PREPARATION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To prepare an electrolysis seal gasket having a large strength on the bonding interface between two kinds of rubbers by disposing an EPDM rubber, etc., in the outside peripheral portion of the gasket and also a fluoro rubber, etc., in the inside peripheral portion, respectively, and subsequently integrally bonding and molding the rubbers by a co-vulcanization reaction.

CONSTITUTION: An EPDM rubber of an EPM rubber containing a peroxide is charged in the outside peripheral portion of a frame-like mold and also a composition comprising 50-100wt.% of a fluoro rubber containing a peroxide and 50-0wt.% of the EPDM rubber or the EPM rubber containing a peroxide is charged in the inside peripheral portion. The rubbers in the mold are heated at 140-190° C for 3-30min under pressure, demolded from the mold and subsequently heated at 140-190° C for 1-8 hours to integrally bond and mold the rubbers by the co-vulcanization reaction to provided the objective gasket.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

1. Title of the Invention

GASKET FOR ELECTROLYTIC BATH AND METHOD FOR
MANUFACTURING THE SAME

2. Claims

(1) A frame type gasket for an electrolytic bath wherein an outside peripheral part thereof is made of an EPDM or EPM rubber, an inside peripheral part thereof is made of a composition consisting of a fluoro rubber of 50~100 wt% and an EPDM or EPM rubber of 50~0 wt% and the rubbers are integrally bonded by a co-vulcanization reaction with peroxide.

(2) A frame type gasket for an electrolytic bath wherein: an outside peripheral part thereof is made of an EPDM or EPM rubber; a composition consisting of a fluoro rubber of 10-90 wt% and an EPDM or EPM rubber 90-10 wt% is disposed on an inner side thereof; a composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber, which has a content of the fluoro rubber higher than 90 wt% in a ratio between the fluoro rubber and the EPDM or EPM rubber, is disposed at a further inner peripheral part thereof; and the rubbers are integrally bonded by a co-vulcanization reaction with peroxide.

(3) A method for manufacturing a gasket for an electrolytic bath wherein an EPDM or EPM rubber having mixed peroxide is injected to an outside peripheral part of a frame type mold, a composition consisting of a fluoro rubber of 50~100 wt% having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber of 50~0 wt% is injected to an inside

peripheral part thereof, and the rubbers are heated at 140~190 °C for 3~30 minutes under pressure with the mold, are de-molded from the mold and subsequently heated 140~190 °C for 1~8 hours and are thus integrally bonded and molded.

(4) A method for manufacturing a gasket for an electrolytic bath wherein: an EPDM or EPM rubber having mixed peroxide is injected to an outside peripheral part of a frame type mold; a composition consisting of a fluoro rubber of 10-90 wt% having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber of 90-10 wt% is injected, as an intermediate layer, to an inside thereof; a composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber, which has a content of the fluoro rubber of 50-100 wt% and a content of the EPDM or EPM rubber of 50-0 wt% in a ratio between the fluoro rubber and the EPDM or EPM rubber and also has the content of the fluoro rubber higher than that of the intermediate layer, is injected to a further inner side of the intermediate layer; and the rubbers are heated at 140-190 degrees C for 3-30 minutes under pressure with the mold, then de-molded from the mold, and subsequently heated at 140-190 degrees C for 1-8 hours, to be thus integrally bonded and molded.

(5) A frame type gasket for an electrolytic bath wherein a composition consisting of a fluoro rubber of 10~90 wt% and an EPDM or EPM rubber of 90~10 wt% is disposed and integrally bonded by a persulfide vulcanization reaction.

3. Detailed Description of the Invention

[Filed of the Invention]

The invention relates to a gasket used for sealing an electrolytic bath and a

method for manufacturing the same.

[Prior Art]

For sealing an electrolytic bath, an EPDM or EMP rubber has been conventionally used which has an appropriate corrosion-resistance.

A gasket of the electrolytic bath is deteriorated due to sodium hypochlorite of the electrolytic bath at high temperatures.

Specifically, due to the corrosion and permanent distortion during the use, a lifespan of the EPDM or EPM rubber gasket is shorter than that of an ion exchange membrane used for the electrolytic bath, which is about 5 years. Therefore, it is necessary to carry out a shut-down maintenance, so that an efficiency of manufacturing an apparatus is lowered. In addition, since the replacement of the gasket is an operation of handling the expensive ion exchange membrane that is very thin and thus is apt to be damaged, a careful caution is required, so that it takes much time. When the ion exchange membrane is damaged in replacing the gasket, a loss is very great.

From the above point of view, it is efficient to make the lifespan of the gasket same as or longer than that of the ion exchange membrane.

[Problems to be solved]

An object of the invention is to provide a gasket for an electrolytic bath having a long lifespan.

[Constitution of the Invention]

An endurance of a gasket for an electrolytic bath depends on a chemical

resistance. Regarding this, if the gasket is made of a fluoro rubber having a high chemical resistance, a lifespan of the gasket is prolonged. However, since the fluoro rubber is expensive, such method cannot be adopted.

The gasket for an electrolytic bath is contacted to a corrosive electrolyte only at an inside peripheral part thereof. Regarding this, the inventor found the followings: in manufacturing a frame plate-type gasket comprising an inside peripheral part made of the fluoro rubber and an outside peripheral part made of an EPDM or EPM rubber, when a co-vulcanization reaction is carried out with organic peroxide, a gasket can be obtained in which a strength of a bonding interface of the rubbers of two types is high. Based on the above findings, the inventors completed the invention.

In addition, an integrated molded gasket with a composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber has a corrosion-resistance higher than a single piece of an EPDM or EPM rubber and is cheaper than the fluoro rubber piece, so that it can be put to the practical use.

In other words, the invention comprises a gasket of each following item and a method of manufacturing the same.

1. A frame type gasket for an electrolytic bath wherein an outside peripheral part thereof is made of an EPDM or EPM rubber, an inside peripheral part thereof is made of a composition consisting of a fluoro rubber of 50~100 wt% and an EPDM or EPM rubber of 50~0 wt% and the rubbers are integrally bonded by a co-vulcanization reaction with peroxide.

2. A frame type gasket for an electrolytic bath wherein an outside peripheral part thereof is made of an EPDM or EPM rubber, an inside peripheral part thereof is made of a composition consisting of a fluoro rubber of 10~90 wt% and an EPDM or

EPM rubber of 90~10 wt%, a further composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber and having a content of the fluoro rubber higher than 90 wt% in a ratio of the fluoro rubber and the EPDM or EPM rubber is disposed to an inside peripheral part thereof, and the rubbers are integrally bonded by a co-vulcanization reaction with peroxide.

3. A method for manufacturing a frame type gasket for an electrolytic bath wherein an EPDM or EPM rubber having mixed peroxide is injected to an outside peripheral part of a frame type mold, a composition consisting of a fluoro rubber of 50~100 wt% having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber of 50~0 wt% is injected to an inside peripheral part thereof, and the rubbers are heated at 140~190℃ for 3~30 minutes under pressure with the mold, are de-molded from the mold and subsequently heated 140~190℃ for 1~8 hours and are thus integrally bonded and molded.

4. A method for manufacturing a frame type gasket for an electrolytic bath wherein an EPDM or EPM rubber having mixed peroxide is injected to an outside peripheral part of a frame type mold, a composition consisting of a fluoro rubber of 10~90 wt% having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber of 90~10 wt% is injected, as an intermediate layer, to an inside thereof, a further composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber, having contents of the fluoro rubber of 50~100 wt% and the EPDM or EPM of 50~0 wt% in a ratio of the fluoro rubber and the EPDM or EPM rubber and having the content of the fluoro rubber higher than the intermediate layer is injected to an inside of the intermediate layer, and the rubbers are heated at 140~190℃ for 3~30 minutes under pressure with the mold, are de-molded from the mold and subsequently heated

140~190 °C for 1~8 hours and are thus integrally bonded and molded.

5. A frame type gasket for an electrolytic bath wherein a composition consisting of a fluoro rubber of 10~90 wt% and an EPDM or EPM rubber of 90~10 wt% is disposed and integrally bonded by a persulfide vulcanization reaction.

The gasket of the invention takes a form of a frame type. The frame type means a frame shape having a rectangular peripheral part matched with a rectangular ion exchange membrane of an electrolytic bath, as shown in Fig. 1.

Hereinafter, the invention will be more specifically described with reference to the drawings. In the following descriptions, a case where EPDM is used will be described for the sake of simple explanations. However, it should be noted that EPM is also used instead of the EPDM.

A gasket of a first aspect is defined in Claim 1. An outside peripheral part 2 of the rectangular frame type gasket 1 is provided with an EPDM rubber and an inside peripheral part 3 is provided with a fluoro rubber, so that the rubbers are integrally bonded at an interface 4.

The gasket is characterized in that rubber layers of different types constituting the gasket are simultaneously molded by peroxide vulcanization in manufacturing the gasket.

The gasket is characterized in that strength of the bonded part of the interface of the EPDM rubber and the fluoro rubber is increased by a cross-linking molding with peroxide.

The different rubbers of the gasket product preferably have approximate same hardness and permanent distortion so as to avoid a de-lamination of the interface during the use.

In addition, as the rubber used in the gasket, a rubber is preferable which has small contents of magnesium compound and calcium compound having a bad influence on the reaction in the electrolytic bath. For example, the sum content of the magnesium and calcium in the compounds is 0.02 wt% or less, preferably 0.01 wt% or less in the gasket rubber.

The compounding of the two rubber compositions is such preferable that it uniforms the hardness of the two rubber molded products and makes the contents of magnesium and calcium low.

Accordingly, it is used the organic peroxide having no diluent, an inorganic having a very small amount of magnesium and calcium or having no magnesium and calcium, for example an inorganic having silica as diluent.

In addition, when the vulcanization molding of the different rubbers is carried out by a typical vulcanization reaction with sulfur, the deterioration of the rubbers is severe, so that the interface is apt to be de-laminated during the use of the gasket.

In general, when bonding or laminating and co-vulcanizing the rubbers of two types to manufacture a molded product, the bonded part of the two rubbers is apt to be de-laminated.

In the gasket of the invention, the interface is stable even at high temperatures due to the vulcanization molding with peroxide.

According to a second aspect of the invention, in the embodiment shown in Fig. 1, instead of the fluoro rubber of the inside peripheral part 3, it is used a composition comprising a fluoro rubber in which an EPDM rubber of 50 wt% or less is blended in the fluoro rubber. Thereby, an affinity between the EPDM rubber of the outside peripheral part 2 and the blended composition of the inside peripheral part 3 is further

increased, so that the de-lamination resistance strength of the interface is further improved.

In this case, as shown in a table 1, the corrosion-resistance of the inside peripheral part 3 is substantially same as that of the single piece of the fluoro rubber. In addition, the higher the content of the fluoro rubber, the corrosion resistance is increased a little more.

As shown in Fig. 2, according to a third aspect of the invention, the EPDM rubber is used for the outside peripheral part 2, the fluoro rubber is used for the inside peripheral part 3 and a blended composition of the EPDM rubber and the fluoro rubber is used for an intermediate part 5, so that the de-lamination resistance strength of the interfaces 4, 4' is increased and the chemical resistance of the inside peripheral part is increased. Moreover, the gasket exhibits the strength and the endurance suitable for a gasket for an electrolytic bath.

In the complex gasket of three rubbers, the blended composition rubber of the intermediate part is such preferable that it mainly consists of the EPDM rubber from an economical efficiency point of view. In addition, the inside peripheral part preferably has a uniform thickness from a sealing point of view. Moreover, within a range capable of securing a sealing, the thickness is preferably thinner from an economical point of view.

The method of the invention is carried out to correspond the above three aspects. The respective rubber blends, in which peroxide is respectively blended as a vulcanizing agent, are injected in a mold with an arrangement as shown in Fig. 1 or 2, heated and molded by a vulcanization reaction with peroxide, thereby manufacturing a gasket.

Before the injection, a raw rubber of the blended rubbers of the two or more types is extruded with an extruder, cut into an entire periphery length of a mold, put into a mold having a gasket shape to connect the cut surfaces and then pressurized and heated to carry out a vulcanization.

The vulcanization of the invention is preferably carried out in two stages.

In other words, in the method of the invention, from a manufacturing efficiency point of view, the vulcanization is preferably carried out in such a manner that the rubber is de-molded from the mold after the vulcanization molding of the first stage under pressurization by the mold and then an oven vulcanization of the second stage is carried out under atmosphere.

In the method of the invention, the vulcanization of the first stage is carried out at 140~190°C, preferably 160~170°C for 3~30 minutes, preferably 10~25 minutes under pressurization by the mold. Then, after the de-molding, the vulcanization of the second stage is carried out at 140~190°C, preferably 150~160°C for 1~8 hours, preferably 3~6 hours.

In the vulcanization of the second stage, it is preferable to decompose and remove the remaining peroxide.

The peroxide used in the method of the invention is not particularly limited. For example, peroxyketal (perhexa 3M, perhexa 0, perhexa V), hydroperoxide (perhexa 25H), dialkylperoxide (perkumyl D, perbutyl P, perhexa 25B, perhexine 25B) can be used.

The method of the invention will be more specifically described with reference to embodiments.

Regarding a total of eight types of vulcanized molded rubbers, i.e., the fluoro

rubbers of two types, the EPDM rubber and the blended rubbers of five types of the fluoro rubber and the EPDM rubbers, the mechanical property and the corrosion resistance in the electrolytic bath were tested.

The compounding of each rubber, the vulcanization condition and test method of the vulcanized rubber are as follows and the results of the mechanical property and corrosion resistance tests are shown in a table 1. With the rubbers obtained by the compounding, the difference of hardness is 25 or less, preferably 20 or less. Therefore, there is no worry of the de-lamination.

[compounding of the used rubbers]

① fluoro rubber G100

compounding

dywell G1001	100 weight part
carbon black	20 weight part
2,5-dimethyl-2.5 (third grade butylperoxy) hexine-3	1.5 weight part
triarylisocyanurate	4 weight part

vulcanization condition

The vulcanization was carried out at 160°C for 15 minutes with a mold press for a test piece. Then, after the de-molding, the vulcanization was carried out at 160°C for 5 hours, so that a test piece was obtained.

② EPDM rubber E70

compounding

EP24	100 weight part
ZnO	5 weight part
stearic acid	1 weight part

anti-aging MB	1 weight part
anti-aging RD	1 weight part
carbon black FEF	82 weight part
paraffin based process oil	25 weight part
triarylisocyanurate	1 weight part
dikumylperoxide	3.2 weight part
hard clay	5 weight part
vulcanization condition	
first stage 160°C × 15 minutes	in the mold
second stage 160°C × 5 hours	in the oven

③ blend rubber 1

blend of fluoro rubber-EPDM rubber in which the fluoro rubber is mainly included.

compounding

a composition in which the fluoro rubber and the EPDM rubber are blended in a ratio of 80:20 using the compounding of ① and ②.

vulcanization condition

first stage 160°C × 15 minutes	in the mold
second stage 160°C × 5 hours	in the oven

④ blend rubber 2

a composition in which the fluoro rubber and the EPDM rubber are blended in a ratio of 20:80 using the compounding of ① and ②.

vulcanization condition

first stage 160°C × 15 minutes	in the mold
--------------------------------	-------------

second stage $160^{\circ}\text{C} \times 5$ hours in the oven

⑤ fluoro rubber G90

a composition in which fluoro rubber dywell G902 is blended instead of the fluoro rubber dywell G1001 of the compounding ①.

⑥ blend rubber 3

compounding

a composition in which the fluoro rubber and the EPDM rubber are blended in a ratio of 80:20 using the compounding of ⑤ and ②.

vulcanization condition

first stage $160^{\circ}\text{C} \times 15$ minutes in the mold

second stage $150^{\circ}\text{C} \times 5$ hours in the oven

⑦ blend rubber 4

compounding

a composition in which the fluoro rubber and the EPDM rubber are blended in a ratio of 60:40 using the compounding of ⑤ and ②.

vulcanization condition

first stage $160^{\circ}\text{C} \times 15$ minutes in the mold

second stage $160^{\circ}\text{C} \times 5$ hours in the oven

⑧ blend rubber 5

compounding

a composition in which the fluoro rubber and the EPDM rubber are blended in a ratio of 50:50 using the compounding of ⑤ and ②.

vulcanization condition

first stage $160^{\circ}\text{C} \times 15$ minutes in the mold

second stage 160°C × 5 hours

in the oven

[test method of physical properties]

① hardness (H5)

The hardness was measured with JIS K6301.

② tensile strength (T5)

The tensile strength was measured with JIS K6301.

③ elongation (E5)

The elongation was measured with JIS K6301 after leaving the object to be tested alone at 100°C for 22 hours.

④ permanent compression distortion (CS)

It was measured with JIS K6301 after leaving a test piece alone at 100°C for 22 hours.

⑤ chemical resistance

By putting a test piece into hypochlorous acid solution of 10% effective chlorine concentration, a weight change for an initial weight was measured in a unit of wt%. The solution was replaced every 24 hours and the data of 3, 6, 9 and 12 days were measured.

Table 1

		G100	Blend rubber 1	Blend rubber 2	E70	G90	Blend rubber 3	Blend rubber 4	Blend rubber 5
Hardness (JISA)		90	82	78	72	73	76	76	75
Tensile strength (kgf/cm ²)		202	196	186	175	230	150	155	160
elongation(%)		250	270	290	330	360	250	240	300
Permanent compression distortion (%)		13	9	8	8	8	7	6	5
Chemical resistance $\Delta W(\%)$	3 days	0.3	-0.2	-0.7	-1.1	0.4	-0.3	-0.5	-0.8
	6 days	0.5	-0.2	-1.6	-4.9	0.4	-0.6	-1.6	-2.3
	9 days	0.4	-1.3	-8.6	-14.0	0.4	-1.5	-3.4	-4.8
	11 days	0.5	-3.3	-11.5	-18.5	0.4	-3.5	-4.6	-6.2

Embodiment 1

The fluoro rubber compounding same as the above ① was injected in a width of 50 mm to the inside peripheral part of a rectangular frame type mold having an outside dimension of 1000 mm×1500 mm, a thickness of 2.5 mm and an inside edge dimension of 800 × 1300 mm and the EPDM rubber compounding same as the above ② was filled in the outside peripheral part that was the remaining hollow space, which were heated at 160°C for 15 minutes while pressing, de-molded from the mold and heated at 160°C for 5 hours, thereby manufacturing a gasket.

While maintaining the EPDM rubber portion of the outside peripheral part and the fluoro rubber portion of the inside peripheral part of a test piece that was punched with a dumbbell No. 3 of JIS K6301, the edge of the obtained gasket was vertically elongated by 100% with respect to the interface 4. However, the de-lamination from the interface 4 was not observed.

Embodiment 2

Instead of the fluoro rubber compounding of the embodiment 1, the blend rubber 1 same as the above ③ in which the fluoro rubber was mainly included was used and the other conditions were same, so that a gasket was manufactured.

Embodiment 3

The fluoro rubber of the above ⑤ was injected in a width of 50 mm to the inside peripheral part, the compounding of the blend rubber 4 of the above ⑦ in which the EPDM was mainly included was injected in a width of 50 mm to an outside of the fluoro rubber and the EPDM rubber same as the embodiment 1 was injected to the remaining outside peripheral part, thereby providing a three-layer structure. The other conditions were same, so that a gasket was finally manufactured.

The test same as the embodiment 2 was carried out. Regarding the hardness of the interface was same as the embodiment 2.

Embodiment 4

Instead of the fluoro rubber of the embodiment 1, the fluoro rubber composition of the above ⑤ was used and the other conditions were same, so that a gasket was manufactured. The dumbbell test piece same as the embodiment 1 was pulled and fractured. As a result, there was no de-lamination of the interface and the EPDM portion was fractured.

[Effect of the Invention]

The gasket of the invention has a long lifespan. Further, since the main body is made of EPDM or EPM rubber and only the peripheral parts thereof are made of

fluoro rubber, it is possible to reduce the manufacturing cost of the gasket.

Moreover, according to the method of the invention, the interface of the different rubber layers is very strongly bonded. Accordingly, when the gasket is used in the electrolytic bath under high temperature and compression, it is possible to manufacture a strong gasket having no worry of the de-lamination between the layers of the complex multi-layered rubber.

Further, since it is possible to obtain a gasket in which calcium or magnesium is little contained, there is no bad influence on the electrolysis reaction.

4. Brief Description of the Drawings

Fig. 1 a perspective view of a gasket according to an embodiment of the invention;

Fig. 2 is a plan view of another embodiment of the invention.

1: gasket for an electrolytic bath

2: EPDM rubber portion of an outside peripheral part

3: rubber portion of an inside peripheral part

4: interface

5: intermediate blend rubber portion

<AMENDMENT>

Amended Matters

1. Claims – refer to an annex

2. Specification

1) line 1 from a bottom of page 5~line 5 from a top of page 6 are deleted.

2) lines 7~3 from a bottom of page 8 are deleted.

3. A power of attorney is submitted.

1. Claims

1. A frame type gasket for an electrolytic bath wherein an outside peripheral part thereof is made of an EPDM or EPM rubber, an inside peripheral part thereof is made of a composition consisting of a fluoro rubber of 50~100 wt% and an EPDM or EPM rubber of 50~0 wt% and the rubbers are integrally bonded by a co-vulcanization reaction with peroxide.

2. A frame type gasket for an electrolytic bath wherein: an outside peripheral part thereof is made of an EPDM or EPM rubber; a composition consisting of a fluoro rubber of 10-90 wt% and an EPDM or EPM rubber 90-10 wt% is disposed on an inner side thereof; a composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber, which has a content of the fluoro rubber higher than 90 wt% in a ratio between the fluoro rubber and the EPDM or EPM rubber, is disposed at a further inner peripheral part thereof; and the rubbers are integrally bonded by a co-vulcanization reaction with peroxide.

3. A method for manufacturing a gasket for an electrolytic bath wherein an EPDM or EPM rubber having mixed peroxide is injected to an outside peripheral part of a frame type mold, a composition consisting of a fluoro rubber of 50~100 wt% having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber of 50~0 wt% is injected to an inside peripheral part thereof, and the rubbers are heated at 140~190 °C for 3~30 minutes under pressure with the mold, are de-molded from the mold and subsequently heated 140~190 °C for 1~8 hours and are thus integrally bonded and molded.

4. A method for manufacturing a gasket for an electrolytic bath wherein: an EPDM or EPM rubber having mixed peroxide is injected to an outside peripheral part of a frame type mold; a composition consisting of a fluoro rubber of 10-90 wt% having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber of 90-10 wt% is injected, as an intermediate layer, to an inside thereof; a composition consisting of a fluoro rubber having mixed peroxide and an EPDM or EPM rubber, which has a content of the fluoro rubber of 50-100 wt% and a content of the EPDM or EPM rubber of 50-0 wt% in a ratio between the fluoro rubber and the EPDM or EPM rubber and also has the content of the fluoro rubber higher than that of the intermediate layer, is injected to a further inner side of the intermediate layer; and the rubbers are heated at 140-190 degrees C for 3-30 minutes under pressure with the mold, then de-molded from the mold, and subsequently heated at 140-190 degrees C for 1-8 hours, to be thus integrally bonded and molded.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 平3-285984

⑫ Int. Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	⑬ 公開 平成3年(1991)12月17日
C 09 K 3/10		Z 7043-4H	
B 29 D 31/00		6949-4F	
B 32 B 25/14		8517-4F	
C 08 L 27/12	LFT	8416-4J	
C 09 K 3/10		M 7043-4H	
// C 08 L 23/16	LCY	7107-4J	
C 25 B 13/08	305	9046-4K	

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全9頁)

⑭ 発明の名称 電解槽用ガスケット及びその製造方法

⑮ 特 願 平2-86923

⑯ 出 願 平2(1990)3月30日

⑰ 発 明 者 湯 澤 信 次 埼玉県入間市狭山ヶ原302-1 埼玉西武トーヨーゴム株式会社内

⑱ 出 願 人 東洋ゴム工業株式会社 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号

⑲ 代 理 人 弁理士 内 山 充

9月 糸田 穂

1. 発明の名称

電解槽用ガスケット及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

1 棒状ガスケットにおいて、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムとして、内側周辺部分にフッ素ゴム50～100重量%とEPDM若しくはEPMゴム50～0重量%からなる組成物を配置して、過酸化合物による共加硫反応により一体的に接合成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

1 棒状ガスケットにおいて、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムとして、その内側にフッ素ゴム10～90重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム90～10重量%からなる組成物を配置して、さらに、その内側の周辺部分に過酸化合物を配合したフッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムの組成物であって、フッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムとの割合で

フッ素ゴム含量が90重量%を超えるものを配置して過酸化合物による共加硫反応を行って一体的に接合成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

1 棒状金型の外側周辺部分に過酸化合物を配合したEPDMゴム若しくはEPMゴムを仕込み、その内側周辺部分に過酸化合物を配合したフッ素ゴム50～100重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム50～0重量%とからなる組成物を仕込み、金型による加圧下で140～190℃で、3～90分間加熱して、ついで、金型から取り出して、140～190℃において、1～8時間加熱して一体的に接合成型することを特徴とする電解槽用ガスケットの製造方法。

1 棒状金型の外側周辺部分に過酸化合物を配合したEPDMゴム若しくはEPMゴムを仕込み、その内側に過酸化合物を配合したフッ素ゴム10～90重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム90～10重量%とからなる組成物を中間層として仕込み、さらに、該中間層の内側に過

硫化物を配合したフッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムの組成物であって、フッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムの割合でフッ素ゴム50～100重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム50～0重量%とからなり前記中間層よりフッ素ゴム含有量が大きい組成物を仕込み、金型による加圧下で140～190℃で、3～30分間加熱して、ついで、金型から取り出して、140～190℃において、1～8時間加熱して一体的に接合成形することを特徴とする電解槽用ガスケットの製造方法。

1 伸状ガスケットにおいてフッ素ゴム10～90%、EPDMゴム若しくはEPMゴム90～10%からなる組成物を配置して、過硫化物加硫反応により一体成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、電解槽のシールに使用するガスケット及びその製造方法に関するものである。

の寿命以上にすることができると効果的である。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は、寿命の長い電解槽用ガスケットを提供することを目的とするものである。

〔課題を解決するための手段〕

電解槽用ガスケットの耐久性は、耐薬品性に依存するが、電解槽用ガスケットの材質を耐薬品性の大きいフッ素ゴムに代えると、ガスケットの寿命は延びるが、フッ素ゴムが高価なため、この方法は採算的に採用できない。

本発明者は、電解槽用ガスケットとしては内側周辺部だけが腐食性電解液に接することに着目して、その部分をフッ素ゴムにして、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムにした伸状ガスケットを製造するにあたり、この成型工程を有機過酸化物によって共加硫反応させることによって、2種のゴムの接合境界面の強度の丈夫なガスケットを得ることができることを見だし、この知見に基づき本発明を完成した。

また、過酸化物を配合したフッ素ゴムと

〔従来の技術〕

従来は、電解槽のシールに耐食性の比較的良好なEPDMゴム若しくはEPMゴム成型体を使用していた。

電解槽のガスケットは、高温下で電解槽の次要塩素酸ソーダによる劣化を受ける。

すなわち、使用中に腐食と永久歪みを受けて、電解槽に使用されるイオン交換膜の寿命はおおよそ5年あるのに対して、EPDMゴム若しくはEPMゴム製ガスケットの寿命がこれより短いために、しばしばシャットダウンメンテナンスを行う必要があり装置の製造効率が低下する。また、ガスケットの交換は、極めて薄くて破損しやすい高価なイオン交換樹脂膜を取り扱う作業であるので、この作業は細心の慎重さが要求されるために長時間かかる欠点がある。このガスケット交換において、万一、イオン交換膜を破損すると、その損害は膨大なものになる。

かかる見地から見ると、ガスケットの寿命をイオン交換膜の寿命と一致若しくはイオン交換樹脂

EPDMゴム若しくはEPMゴムからなる組成物による一体成型ガスケットがEPDMゴム若しくはEPMゴム単体の物に較べて耐食性が優れ、フッ素ゴム単体より価格が安価となり実用化の域に達することを見出した。

すなわち、本発明は、次の各項のガスケット及びその製造方法よりなるものである。

1 伸状ガスケットにおいて、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムとして、内側周辺部分にフッ素ゴム50～100重量%とEPDM若しくはEPMゴム50～0重量%からなる組成物を配置して、過酸化物による共加硫反応により一体的に接合成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

2 伸状ガスケットにおいて、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムとして、その内側にフッ素ゴム10～90重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム90～10重量%からなる組成物を配置して、さらに、その内側の周辺部分に過酸化物を配合したフッ素ゴムとEPDMゴム

若しくはEPMゴムの組成物であって、フッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムとの割合でフッ素ゴム含量が90重量%を超えるものを配置して過酸化物による共加硫反応を行って一体的に接合成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

3 神状金型の外側周辺部分に過酸化物を配合したEPDMゴム若しくはEPMゴスを仕込み、その内側周辺部分に過酸化物を配合したフッ素ゴム50～100重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム50～0重量%とからなる組成物を仕込み、金型による加圧下で140～190℃で、3～30分間加熱して、ついで、金型から取り出して、140～190℃において、1～8時間加熱して一体的に接合成型することを特徴とする電解槽用ガスケットの製造方法。

4 神状金型の外側周辺部分に過酸化物を配合したEPDMゴム若しくはEPMゴスを仕込み、その内側に過酸化物を配合したフッ素ゴム10～90重量%とEPDMゴム若しくはEPM

ゴム90～10重量%とからなる組成物を中間層として仕込み、さらに、該中間層の内側に過酸化物を配合したフッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムの組成物であって、フッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムとの割合でフッ素ゴム50～100重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム50～0重量%とからなり前記中間層よりフッ素ゴム含有量が大きい組成物を仕込み、金型による加圧下で140～190℃で、3～30分間加熱して、ついで、金型から取り出して、140～190℃において、1～8時間加熱して一体的に接合成型することを特徴とする電解槽用ガスケットの製造方法。

5 神状ガスケットにおいてフッ素ゴム10～90%、EPDMゴム若しくはEPMゴム90～10%とからなる組成物を配置して、過酸化物加硫反応により一体成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

本発明ガスケットは神形状であるが、ここでのいう神状は、電解槽の長方形のイオン交換膜の形

状に合わせて、第1図に示すように長方形の周辺部分を残した神形状を意味する。

本発明を実施例の図面によりさらに詳細に説明する。以下の説明では、簡明のために、EPDMを用いた場合について述べているが、EPMもEPDMの代わりに同様に用いることができる。

本発明の第一の態様のガスケットは上記第1項に示したものであり、第1図に示す長方形の神状ガスケット1の外側周辺部分2にはEPDMゴムがあり、内側周辺部分3にはフッ素ゴムがあり、両者は境界面4で一体的に接合している。

本発明ガスケットの特徴は、ガスケット製造の際に、ガスケットを構成する異種のゴム層を同時に過酸化物加硫により成型する点にある。

本発明ガスケットは、過酸化物による架橋成型によって、EPDMゴムとフッ素ゴムの異種ゴムの境界面の接合部分の強度が大きくなっていることを特徴とするものである。

本発明ガスケット成型品中の異種ゴムは、使用中の境界面の剥離を避けるためには、硬度及び永

久歪みがほぼ同等であることが望ましい。

また、本発明ガスケットに用いるゴムには、電解槽の反応に悪影響を与えるマグネシウム化合物とカルシウム化合物の含有量が少ないゴム、例えば、これらの化合物中のマグネシウム分及びカルシウム分の合計量が、ガスケットゴム中に、0.02重量%以下、好ましくは、0.01重量%以下になるのが望ましい。

そのために用いる両ゴム組成物の配合は、両ゴム成型品の硬度を揃え、マグネシウムとカルシウムの含有量をなるべく低い配合にするのが望ましい。

そのため、有機過酸化物は、希釈剤を含まないもの及び、マグネシウム、カルシウムを微量か全く含まない無機物、例えばシリカを希釈剤にしたものなどが使用される。

また、本発明の異種ゴムの加硫成型を硫黄による通常の加硫反応によって実施すると、ゴムの劣化が激しく、ガスケット使用中に境界面の剥離が発生しやすい。

一般に、2種のゴムを接合又は積層して共加硫して成型体を製造する場合2種ゴムの接合部分が剥離しやすい。

本発明ガスケットでは、過酸化合物による加硫成型によって、境界面が高圧においても安定な丈夫な接合面が得られる点に特徴がある。

本発明ガスケットの第二の態様は、第1図の実施例において、内側周辺部分3のフッ素ゴム部分に代えて、フッ素ゴムに50重量%以下のEPDMゴムをブレンドしたフッ素ゴムを主体とする組成物を使用することにより、外側周辺部分2のEPDMゴムと内側周辺部分3のブレンド組成物との親和性をさらに増加させて境界面の耐剥離強度をさらに増大させたものである。

この場合、第1表に示す通り内側周辺部分3の耐腐食性もフッ素ゴム単独の場合と余り変わらず、フッ素ゴムの含量が多いほど耐腐食性は少し増加する。

本発明ガスケットの第三の態様は、第2図に示すように、外側周辺部分2にEPDMゴムを使用

し、内側周辺部分3にフッ素ゴムを使用し、中間部分5にEPDMとフッ素ゴムのブレンド組成物を使用するものであり、境界面4及び4'の耐剥離強度を増加するとともに、内側周辺部分の耐薬品性を増大させたものであり、電解槽用ガスケットとして良好な強度と耐久性を発揮することができる。

3種ゴムの複合ガスケットにおいては、中間部分のブレンド組成物ゴムは、採算の上からは、EPDMゴム主体の方が望ましく、内側周辺部分は全体的に均一な厚みであることがシール性の点から望ましく、厚さはシール性が確保できる範囲で薄いほど経済的である。

本発明製造方法は上記ガスケットの3態様に対応して、実施されるものであり、加硫剤として過酸化合物をそれぞれ配合した各ゴム配合物を第1図又は第2図の配置で金型に仕込み、これを加硫して、過酸化合物による加硫反応により成型してガスケットを製造することとなる。

金型に仕込む前に、これら2種以上のゴム配合

の生ゴムを押出機で押出てこれを金型全周の長さで切断して、ガスケット形状の金型に入れて切断面を連絡してから加圧加熱して加硫を行うことができる。

本発明の加硫は、2段階で実施するのが望ましい。

すなわち、本発明製造方法では、金型による加圧下での第1段加硫成型後、金型から取り出して、大気圧下で第2段のオープン加硫で加硫をさせる方法が、金型の生産効率の上から望ましい。

本発明製造方法では、第1段加硫条件は、金型による加圧下で140～190℃、好ましくは、160～170℃で、3～30分間、好ましくは、10～25分間加熱して、ついで、第2段の加硫条件は金型から取り出して、140～190℃、好ましくは、150～160℃において、1～8時間、好ましくは、3～6時間で行うことができる。

本発明の第2段加硫においては、残存する過酸化合物を可及的に分解除去しておくのが望ましい。

本発明製造方法において使用する過酸化合物は、特に制限はなく、例えば、パーオキシケタール(パーヘキサ3M、パーヘキサO、パーヘキサV)、ハイドロパーオキサイド(パーヘキサ25H)、ジアルキルパーオキサイド(パークミルD、パーブチルP、パーヘキサ25B、パーヘキシン25B)などを使用することができる。

本発明製造方法を実施例によってさらに詳細に説明する。

本発明に使用するフッ素ゴム2種、EPDMゴム及びフッ素ゴムとEPDMゴムのブレンドゴムの5種の計8種の加硫成型ゴムの機械的物性及び電解槽における耐食性を試験した。

各ゴムの配合と加硫条件及び加硫ゴムの試験方法は、次の通りであり、物性及び耐食性試験の結果は第1表の通りであった。これらの配合により得られたゴムは、硬度の相違は25以下、好ましくは、20以下であるので境界面が剥離する恐れがない。

〔使用ゴムの配合〕

① フッ素ゴムG100

配合

ダイエルG1001	100重量部
カーボンブラック	20重量部
2,5-ジメチル-2,5(第3級ブチル パーオキシ)ヘキシン-3	1.5重量部
トリアリルイソシアヌレート	4重量部

加硫条件

試験片用金型プレスにより160℃で15分間加硫して、型より取り出し160℃で5時間加硫して試験片を得た。

② EPDMゴムE70

配合

EP24	100重量部
亜鉛華1号	5重量部
ステアリン酸	1重量部
老化防止剤MB	1重量部
老化防止剤RD	1重量部
カーボンブラックFEF	82重量部

配合

上記①と②の配合をフッ素ゴムとEPDMゴムの比率が20:80になる割合でブレンドした組成物。

加硫条件

第1段 160℃×15分 金型中
第2段 160℃×5時間 オープン中

⑤ フッ素ゴムG90

①の配合におけるフッ素ゴムダイエルG1001の代わりにフッ素ゴムダイエルG902を配合した組成物。

⑥ ブレンドゴム3

配合

上記⑤と②の配合をフッ素ゴムとEPDMゴムの比率が80:20になる割合でブレンドした組成物。

加硫条件

第1段 160℃×15分 金型中
第2段 160℃×5時間 オープン中

パラフィン系プロセスオイル	25重量部
トリアリルイソシアヌレート	1重量部
ジクミルパーオキサイド	3.2重量部
ハードクレイ	5重量部

加硫条件

第1段 160℃×15分 金型中
第2段 160℃×5時間 オープン中

③ ブレンドゴム1

フッ素ゴム主体のフッ素ゴム-EPDMゴムブレンド物

配合

上記①と②の配合をフッ素ゴムとEPDMゴムの比率が80:20になる割合でブレンドした組成物。

加硫条件

第1段 160℃×15分 金型中
第2段 160℃×5時間 オープン中

④ ブレンドゴム2

EPDMゴム主体のフッ素ゴム-EPDMブレンドゴム

⑦ ブレンドゴム4

配合

上記⑤と②の配合をフッ素ゴムとEPDMゴムの比率が60:40になる割合でブレンドした組成物。

加硫条件

第1段 160℃×15分 金型中
第2段 160℃×5時間 オープン中

⑧ ブレンドゴム5

配合

上記⑤と②の配合をフッ素ゴムとEPDMゴムの比率が50:50になる割合でブレンドした組成物。

加硫条件

第1段 160℃×15分 金型中
第2段 160℃×5時間 オープン中

〔物性試験方法〕

① 硬度(H₂)

JIS K6301により測定した。

特開平3-285984 (6)

②引張強さ (T₀)

JIS K 6301により測定した。

③伸び (E₀)

JIS K 6301により測定した。

④圧縮永久歪み (CS)

JIS K 6301により、100℃、
22時間放置後、測定した。

⑤耐薬品性

有効塩素濃度10%の次亜塩素酸液に試験
片を浸漬して、最初の重量に対する重量変化
を重量%で測定する。浸漬液は24時間毎に
更新して、3日、6日、9日及び12日のデ
ータを測定する。

(以下余白)

表 1

		G100	ブレンドゴム1	ブレンドゴム2	E70	G90	ブレンドゴム3	ブレンドゴム4	ブレンドゴム5
硬さ(JISA)		90	82	78	72	73	76	76	75
引張強さ(kgf/cm ²)		202	196	186	175	230	150	155	160
伸 び (%)		250	270	290	330	360	250	240	300
圧縮永久歪 (%)		13	9	8	8	8	7	6	5
耐薬品性 ΔW(%)	3日	0.3	-0.2	-0.7	-1.1	0.4	-0.3	-0.5	-0.8
	6日	0.5	-0.2	-1.6	-4.9	0.4	-0.6	-1.6	-2.3
	9日	0.4	-1.3	-8.6	-14.0	0.4	-1.5	-3.4	-4.8
	12日	0.5	-3.3	-11.5	-18.5	0.4	-3.5	-4.6	-6.2

実施例 1

外側部の寸法1000mm×1500mmの長方形で厚さ2.5mmで内側部の寸法800×1300mmの長方形枠状金型の内側周辺部に50mmの幅で上記試験用①と同じ配合のフッ素ゴム配合物を仕込み、残余の空間となった外側周辺部に上記試験用②と同じ配合のEPDMゴム配合物を充填して、プレスしながら160℃で15分間加熱し、金型から出して、160℃で5時間加熱してガスケットを製造した。

得られたガスケットの側面を境界面4に対して垂直に、JIS K6301のダンベル3号形に打ち抜いた試験片の外側周辺のEPDMゴム部分と内側周辺のフッ素ゴム部分を保持して100%伸長したが、境界面4からの剥離は見られなかった。

実施例 2

実施例1のフッ素ゴム配合物の代わりに、上記試験用③と同じフッ素ゴム主体のブレンドゴム1の配合物を使用して、他の条件は同一にしてガス

た。

〔発明の効果〕

本発明ガスケットは電解槽における寿命が長く、しかも本体をEPDM若しくはEPMゴムとして周辺部のみをフッ素ゴムとしているのでガスケットの材料費の削減を可能とした。

しかも、本発明製造方法によって異種のゴム層間の境界面の接合を非常に強化して、高温圧縮下の電解槽に使用において複合多層ゴムの欠陥である層間剥離の恐れのない丈夫な複合成型ガスケットを製造することができる利点がある。

さらに、カルシウム又はマグネシウムの含有量の少ないガスケットを得ることができるので電解反応に悪影響を与えない。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例のガスケットの斜視図であり、第2図は本発明の他の実施例の平面図である。

図中の符号は、1：電解槽用ガスケット、2：外側周辺EPDMゴム部、3：内側周辺ゴム

ケットを製造した。

境界面の強度については実施例1と同じダンベル試験片を引っ張って破断させたところ、境界面の剥離はなく、EPDM部分が破断した。

実施例 3

内側周辺部に試験用⑤のフッ素ゴムを50mmの幅で仕込み、該フッ素ゴムの外側に幅50mmで上記試験用⑦のEPDM主体のブレンドゴム4の配合物を仕込み、残余の外側周辺部分に実施例1と同一のEPDMゴムを仕込んで3層構造として、他の条件は実施例と同一の操作でガスケットを製造した。

実施例2と同様の破断試験により、両境界面の強度については、実施例2と同じ結果を得た。

実施例 4

実施例1のフッ素ゴム配合物の代わりに、試験用⑤のフッ素ゴム組成物をを使用して、他の条件を同一にしてガスケットを製造した。実施例1と同様のダンベル試験片を引っ張って破断させたところ、境界面の剥離はなく、EPDM部分が破断し

部、4：境界面、5：中間ブレンドゴム部である。

特許出願人 東洋ゴム工業株式会社

代理人 内 山 充

特開平3-285984(8)

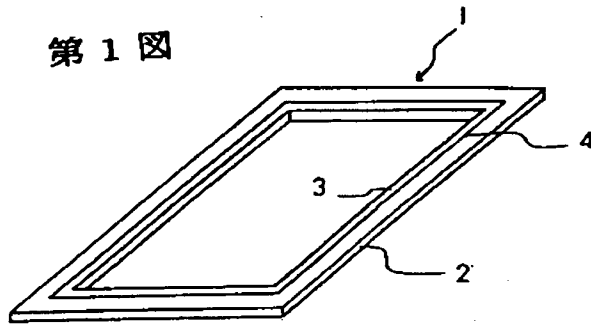
手続補正書

平成2年5月7日

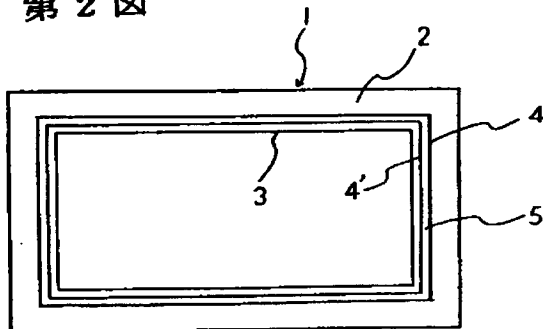
特許庁長官 殿



第1図



第2図



1. 事件の表示 平成2年特許願第56923号
2. 発明の名称 電解槽用ガスケット及びその製造方法
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住所 大阪市西区江戸堀1丁目17番18号
名称 (314) 東洋ゴム工業株式会社
代表者 香取 龍一

4. 代理人 〒101
住所 東京都千代田区神田淡路町2丁目4番地
カンダウィングハテナ3階 電話 03-254-7811
氏名 (7535) 弁理士 内山 充



5. 補正命令の日付 自発
6. 補正の対象 1. 明細書の特許請求の範囲の欄
2. 明細書の発明の詳細な説明の欄
3. 代置物を証明する書面



7. 補正の内容

1. 特許請求の範囲 別紙のとおり

2. 発明の詳細な説明

①明細書第5ページの下から第1行目～明細書第6ページの
上から第5行目までを削除する。

②明細書第8ページの下から第7行目～第3行目までを削除
する。

3. 代置物を証明する書面(委任状)を提出する

8. 送付書類の日数 1. 委任状 1通

1. 特許請求の範囲

1 弁状ガスケットにおいて、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムとして、内側周辺部分にフッ素ゴム50～100重量%とEPDM若しくはEPMゴム50～0重量%からなる組成物を配置して、過酸化合物による共加硫反応により一体的に接合成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

1 弁状ガスケットにおいて、外側周辺部分をEPDMゴム若しくはEPMゴムとして、その内側にフッ素ゴム10～90重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム90～10重量%からなる組成物を配置して、さらに、その内側の周辺部分に過酸化合物を配合したフッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムの組成物であって、フッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムとの割合でフッ素ゴム含量が90重量%を超えるものを配置して過酸化合物による共加硫反応を行って一体的に接合成型したことを特徴とする電解槽用ガスケット。

ト。

3 棒状金型の外側周辺部分に過酸化物を配合したEPDMゴム若しくはEPMゴムを仕込み、その内側周辺部分に過酸化物を配合したフッ素ゴム50～100重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム50～0重量%とからなる組成物を仕込み、金型による加圧下で140～190℃で、3～30分間加熱して、ついで、金型から取り出して、140～190℃において、1～8時間加熱して一体的に接合成型することを特徴とする電解槽用ガスケットの製造方法。

4 棒状金型の外側周辺部分に過酸化物を配合したEPDMゴム若しくはEPMゴムを仕込み、その内側に過酸化物を配合したフッ素ゴム10～90重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム90～10重量%とからなる組成物を中間層として仕込み、さらに、該中間層の内側に過酸化物を配合したフッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムの組成物であって、フッ素ゴムとEPDMゴム若しくはEPMゴムとの割合で

フッ素ゴム50～100重量%とEPDMゴム若しくはEPMゴム50～0重量%とからなり前記中間層よりフッ素ゴム含有量が大きい組成物を仕込み、金型による加圧下で140～190℃で、3～30分間加熱して、ついで、金型から取り出して、140～190℃において、1～8時間加熱して一体的に接合成型することを特徴とする電解槽用ガスケットの製造方法。